

## Natrium karboksil metil selulosa teknis



© BSN 1995 - Semua hak dilindungi

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis BSN.

BSN  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta



# DAFTAR ISI

PENDAHULUAN .....	i
DAFTAR ISI .....	ii
1. RUANG LINGKUP .....	1 dari 8
2. DEFINISI .....	1 dari 8
3. SYARAT MUTU .....	1 dari 8
4. CARA PENGAMBILAN CONTOH .....	2 dari 8
5. CARA UJI .....	2 dari 8
6. CARA PENGEMASAN DAN PENANDAAN .....	8 dari 8

## NATRIUM KARBOKSI METIL SELULOSA TEKNIS

## 1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, cara pengemasan dan penandaan Natrium Karboksi Metil Selulosa Teknis.

## 2. DEFINISI

Natrium karboksi Metil Selulosa Teknis adalah padatan berupa serbuk putih sampai kekuningan, tak berbau, tawar dan hidroskopis yang bagian terbesar garam natrium dari eter poli karboksi metil selulosa yang dipergunakan untuk keperluan industri.

## 3. SYARAT MUTU

Syarat mutu natrium karboksi metil selulosa teknis sesuai Tabel.

No	Uraian	Mutu I	Mutu II
1.	Kadar Natrium Karboksi Metil Selulosa, % min. ADBK	99,5	65,0
2.	Kehilangan berat pada 105°C, % maks.	10,0	12,5
3.	Natrium Klorida, % maks	0,25	-
4.	Glikolat bebas, % maks	0,4	10,0
5.	Derajat substitusi	0,7 - 1,2	0,4 - 1,0
6.	pH larutan 1%	6,0 - 8,0	6,0 - 8,5
7.	Total logam berat, ppm maks	20	-
8.	Timbal, ppm maks	10	-
9.	Arsen, ppm maks	3	-



#### 4. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Pengambilan contoh sesuai dengan SNI 19-0428 - 1989, *Petunjuk Pengambilan Contoh Padatan*.

#### 5. CARA UJI

##### 5.1. Penentuan Kadar Natrium Karboksi Metil Selulosa

Timbang teliti lebih kurang 1 gram contoh (P1), masukkan ke dalam labu ukur 1.000 ml dengan bantuan sedikit metanol absolut atau etanol 96% dan larutkan dalam 500 ml air, goyang terus sampai larut sempurna. Encerkan sampai tanda tera dan campur baik-baik. Timbang 100 gram larutan ini dan masukkan ke dalam gelas piala 800 ml. Tambah 400 ml air, aduk dan jika perlu pH diatur 6,3 - 6,5 dengan asam nitrat encer atau NaOH encer dengan menggunakan pH meter. Larutan dipanasi sampai 70°C dan dalam 5 - 10 menit tambahkan 30 ml larutan uranil nitrat 4% tetes demi tetes menggunakan buret dan aduk kuat-kuat. Biarkan ujung buret kira-kira 2 cm dibawah permukaan larutan dan dikeluarkan dari larutan segera sebelum mengakhir penambahan larutan uranil nitrat.

Pada akhir pengendapan pH antara 3,6 sampai 4,0 pada suhu 20°C. Endapan berupa butir halus dan akan mengendap dalam beberapa menit, dengan meninggalkan larutan atas yang jernih. Jika tidak demikian kejadiannya, larutan dipanasi lagi 60 - 70°C dengan pengadukan yang tetap. Setelah endapan turun, cairan atasnya diendap tuangkan melalui gelas krus masir halus yang telah ditimbang lebih dulu, dengan bantuan pompa hisap. Tambah 200 ml air pada endapan yang berupa butir halus dalam gelas piala, putar dan biarkan mengendap dan endap tuangkan melalui saringan.

Ulangi proses pencucian tersebut berkali-kali dengan air filtrat dites tidak memberikan warna coklat, kemudian dicuci dengan metanol 70% v/v dan metanol 99 - 100%, masing-masing pencuci sebanyak 200 ml. Pindahkan endapan kesaringan dengan menggunakan metanol. Filtrat terakhir diuji ion nitratnya dengan larutan difemilamin 0,1%, dalam asam sulfat, dan hasilnya harus negatif, jika tidak lanjutkan pencucian dengan metanol 75% v/v dan akhirnya dengan metanol 99 - 100%. Keringkan endapan tersebut pada



suhu ruang 130°C sampai bobot tetap, yang kira-kira selesai 1 jam, kemudian dinginkan dalam eksikator dan catat beratnya (P2) dalam garam (Q1).  
Pindahkan bagian lebih besar (Q) dari endapan ke dalam krus porselin yang sebelumnya telah dipijarkan dan ditimbang, terangkan pada 750 - 800°C (merah membara) selama 20 - 30 menit, dan timbang uranium oksida yang terbentuk (Q2).

$$\text{Derajat substitusi (DS)} = \frac{162 f}{135 - 192 f}$$

$$f = \frac{Q2 \times 0,962}{Q1}$$

$$\text{Kadar kira-kira Natrium Karboksi Metil Selulosa} = \frac{P_2 \times (162 + 80 \text{ DS})}{P_1 \times (162 + 192 \text{ DS})} \times 100 \%$$

## 5.2 Kehilangan Berat pada 105°C

Timbang 1 -2 gram contoh dalam botol timbang bertutup asah yang telah diketahui beratnya. Ratakan contoh hingga tebalnya tidak lebih dari 5 mm dan timbang teliti.

Masukkan ke dalam lemari pengering, buka tutupnya dan letakkan disamping botol timbang. Keringkan selama 4 jam sampai bobot tetap. Setelah pengeringan selesai masukkan botol timbang dalam keadaan tertutup ke dalam eksikator, dinginkan pada suhu ruang dan timbang.

$$\text{Susut pengeringan} = \frac{\text{Kehilangan berat} \times 100 \%}{\text{berat contoh}}$$

## 5.3 Natrium Klorida

Timbang teliti 5 gram contoh dalam cawan platina atau porselin, panasi pelan-pelan dengan nyala kecil sehingga contoh tidak menyala. Bila pengarangan sudah sempurna, panasi lebih lanjut dalam tanur listrik 500°C selama 15 menit. Setelah dingin, giling abu yang diperoleh dan ekstraksi beberapa kali dengan air hangat, saring dan masukkan ke dalam labu ukur 500 ml, asamkan dengan asam nitrat dan encerkan sampai tanda tera. Ambil 100 ml dengan pipet dan periksa



menggunakan cara Volhard 0,02 N  $\text{AsNO}_3$  dan 0,02 N amonium tiosianat.

$$\text{Natrium Klorida} = \frac{\text{ml} \times \text{N} \times 116,9 \times 100 \%}{\text{mg contoh}}$$

Kemudian hitung atas dasar berat kering

#### 5.4 Glikolat Bebas

- 5.4.1 Timbang teliti lebih kurang 0,5 gram contoh masukkan ke dalam gelas piala 100 ml. Contoh dibasahi merata dengan 5 ml air dan aduk sempurna dengan batang gelas, biasanya kira-kira 15 menit akan diperoleh larutan yang sempurna. Pelan-pelan sambil mengaduk ditambahkan 50 ml aseton dan kemudian kira-kira 1 gram NaCl. Lanjutkan pengadukan selama beberapa menit untuk mendapatkan sempurna dari karboksi metil selulosa.

Saring melalui kertas lunak (a soft, open texture paper) yang terlebih dahulu dibasahi dengan sedikit aseton, dan kumpulkan filtratnya dalam labu ukur 100 ml. Gunakan 30 ml aseton untuk memudahkan pindahan padatan dan untuk mencuci sisa-sisa pada filter (filter cake). Encerkan sampai tanda dengan aseton dan campur. Siapkan larutan blanko yang mengandung 5 ml air, 5 ml asam cuka glasial dan aseton dalam labu ukur 100 ml yang lain. Pipet 2 ml larutan contoh dan 2 ml larutan blanko ke dalam 2 labu ukur 25 ml. Aseton dihilangkan dengan pemanasan di atas penangas air yang mendidih selama 20 menit tepat dengan labu tegak terbuka. Dinginkan kesuhu ruang dan tambah 5 ml larutan naftalenadiol. Campur baik-baik dan tambah lagi sebanyak 15 ml dan campur. Tutup mulut labu dengan secarik aluminium foil dan panasi tegak di atas penangas air yang mendidih selama 20 menit. Dinginkan kesuhu ruang dan tambah asam sulfat pekat (b.j.l, 84) sampai tanda tera.

- 5.4.2 Pembuatan larutan baku asam glikolat (1 mg per ml) Timbang teliti 0,100 gram asam glikolat, yang sebelumnya dikeringkan dalam eksikator hampa selama sekurang-kurangnya 16 jam dan kemudian dilarutkan dalam 100 ml air, larutan jangan disimpan lebih dari 30 hari.



#### 5.4.3 Pembuatan kurva kalibrasi

Ke dalam deretan 5 labu ukur 100 ml ditambahkan masing-masing 0, 1, 2, 3 dan 4 ml larutan baku asam glikolat.

Ke dalam masing-masing labu di tambahkan 5 ml air, 5 ml asam asetat glasial dan encerkan sampai tanda dengan aseton.

Dari masing-masing larutan yang mengandung 0, 1, 2, 3 dan 4 mg asam glikolat per 100 ml dipipet sebanyak 2 ml masukkan ke dalam sederetan 5 buah labu ukur 25 ml dan diperlakukan sama seperti pada larutan uji. Buat kurva kalibrasi berdasarkan pengukuran absorbansi untuk setiap mg asam glikolat dalam larutan asli 100 ml.

Perhitungan :

$$\text{Glikolat bebas dihitung sebagai natrium glikolat} = \frac{a \times 0,129}{b} \%$$

a = mg asam glikolat dibaca dari kurva kalibrasi

b = berat contoh kering dalam satuan gram

#### 5.5 Derajat Subtitusi

##### 5.5.1 Cara abu sulfat

Bagi yang tersedia peralatannya dapat menetapkan kadar natrium dengan cara potensiometris, dimana contoh dilarutkan dalam asam asetat glasial dan dititar dengan 0,1 N asam perklorat. Cara ini dapat digunakan untuk menetapkan kadar NaCMC (mendekati) dalam contoh.

##### 5.5.2 Cara uranil

Cara ini hanya dipergunakan oleh yang mempunyai pengalaman yang terus menerus dengan cara uranil. Selain untuk menetapkan derajat subtitusi, cara uranil dapat dipergunakan untuk menetapkan kadar kira-kira Natrium Karboksi Metil Selulosa dalam menetapkan adanya campuran dari contoh.

##### 5.5.3 Ekstraksi dengan alkohol

###### 5.5.3.1 Persiapan cara kerja

Timbang teliti 4 - 5 gram contoh dan pindahkan ke dalam labu konis 500 ml. Tambah 350 ml metanol atau etanol 80% volume. Suspensi digoyang secara mekanis selama 30 menit. Saring menggunakan gelas



krus masir G<sub>3</sub> dengan diendap tuangkan dan dihisap pelan-pelan. Pada akhir pengendap tuangan (dikarting) agar dihindari tersedotnya udara melalui krus. Ulangi perlakuan ini sampai tiga kali dengan cairan ekstraksi sampai filtrat bebas klor (uji dengan larutan perak nitrat). Pindahkan NaCMC ke dalam krus yang sama. Gantikan cairan ekstraksi yang melekat pada bahan tersebut dengan aseton.

Keringkan krus dalam lemari pengering 110°C sampai berat konstan. Timbang pertama kali setelah 2 jam. Setiap kali krus didinginkan dalam eksikator harus diingat adanya kenyataan bahwa selama penimbangan NaCMC adalah sedikit hidroskopis.

#### 5.5.3.2 Cara kerja

Timbang teliti 2 gram bahan kering di atas, yang diperoleh dari ekstraksi dengan alkohol, dalam suatu krus porselin. Pertama arangkan dengan nyala kecil dan kemudian selama 10 menit dengan api besar. Dinginkan dan kemudian dibasahi residu tersebut dengan 3 - 5 ml asam sulfat pekat. Panasi hati-hati sampai tidak timbul buih. Setelah dingin tambah kira-kira 1 gram amonium karbonat, ratakan tepung tersebut keseluruhan isi dari krus. Panasi lagi mula-mula dengan nyala kecil sampai buih hilang dan kemudian panasi lagi sampai merah selama 10 menit. Bila ternyata residu tersebut masih mengandung karbon, ulangi perlakuan tersebut dengan asam sulfat dan amonium karbonat. Dinginkan krus tersebut dalam eksikator dan timbang. Sebagai ganti dari penambahan amonium karbonat dan pemanasan dengan nyala, krus dapat diletakkan selama 1 jam dalam tanur lebih kurang 600°C.

$$\text{Kadar} = \frac{a \times 32,38}{b}$$

a = berat residu natrium sulfat  
b = berat contoh kering hasil ekstrak dengan alkohol

$$\text{Derajat substitusi} = \frac{162 \times \text{persentase natrium}}{2.300 - 80 \times \text{persentase natrium}}$$



#### 5.6 pH Larutan 1%

Timbang 1 gram contoh dan larutkan dengan air menjadi 100 ml dengan memanaskan pada suhu 60 - 70°C dan aduk sampai larut sambil diaduk-aduk. Setelah larut merata, dinginkan pada suhu ruang. Penetapan pH dilakukan dengan pH meter elektroda kaca.

#### 5.7 Logam Berat

Timbang 2 gram contoh, panaskan hati-hati, arangkan, pijarkan pada suhu tidak lebih dari 500°C, tambahkan 2 ml pereaksi asam klorida, uapkan di atas penangas air hingga kering. Larutkan sisa dalam 4 mm asam asetat encer dan 20 ml air, saring, cuci sisa tiga kali, tiap kali dengan 5 ml air, kumpulan cairan cuci dengan filtrat, tambahkan air sampai 50 ml.

Ambil 25 ml larutan di atas, tambahkan 2 tetes natrium sulfida yang dibuat bara, campurkan, biarkan selama 5 menit. Letakkan tabung di atas dasar putih, amati dari atas. Warna larutan percobaan tidak boleh lebih gelap dari pada larutan pembanding yang mengandung sejumlah baku timbal yang setara dengan batas logam berat yang diperiksa.

#### 5.8 Timbal

##### 5.8.1 Larutan baku timbal

Timbang 159,8 mg timbal nitrat, larutkan dengan 10 ml asam nitrat encer, tambahkan air secukupnya sampai volume menjadi 1.000 ml, larutan disimpan dalam wadah dari kaca yang tidak mengandung timbal yang dapat larut. Encerkan 10 ml larutan ini dengan air menjadi 100 ml maka tiap ml larutan akan mengandung 0,01 ml pb (larutan ini selalu harus dibuat baru untuk setiap pemakaian).

Larutan baku timbal encer, dibuat dengan cara memipet 10 ml larutan baku timbal dan ditambahkan larutan asam nitrat (1 : 100) hingga volume menjadi 100 ml. Tiap ml larutan mengandung 1 gram pb.

##### 5.8.2 Cara kerja

Buat larutan 1 gram contoh dalam 20 ml air, kemudian periksa kadar timbalnya secara kalori metris.

#### 5.9 Arsen

terlebih dahulu disiapkan larutan contoh, kemudian arsen diperiksa menggunakan cara gutzeit.



## 6. CARA PENGEMASAN DAN PENANDAAN

Natrium karboksi metil selulosa teknis dikemas dalam kemasan yang rapat, tidak bereaksi dengan isi mempertimbangkan keselamatan manusia selama dalam transportasi dan penyimpanannya. Pada setiap kemasan natrium karboksi metil selulosa yang diperdagangkan harus dicantumkan nama dan merk produsen, jenis dan mutu, kodefikasi natrium karboksi metil selulosa, serta isi atau berat produk yang dikemas.